

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift
(10) DE 196 30 844 A 1

(51) Int. Cl. 6:
C07D 229/00

C 08 G 18/79
C 08 G 18/80
C 09 D 175/04
C 09 D 5/46
C 09 D 5/03
C 09 D 5/28
// C08G 18/62,18/42

DE 196 30 844 A 1

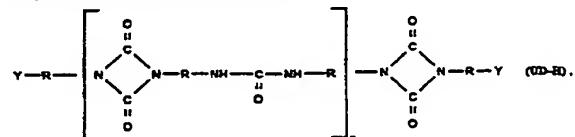
(21) Aktenzeichen: 196 30 844.5
(22) Anmeldetag: 31. 7. 96
(43) Offenlegungstag: 5. 2. 98

(71) Anmelder:
Hüls AG, 45772 Marl, DE

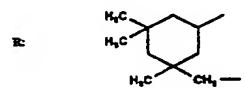
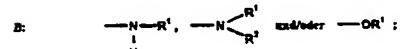
(72) Erfinder:
Gras, Rainer, Dr., 44879 Bochum, DE; Wolf, Elmar,
Dr., 45861 Recklinghausen, DE

(54) Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretidine, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung

(55) Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretidine folgender Zusammensetzung:



wobei



B : 1-25;

R^1 und R^2 : linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkylrest bedeuten. Gegebenenfalls können noch bis zu maximal 1 Mol freies IPDI-Uretidion enthalten sein.

DE 196 30 844 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 12.97 702 068/189

9/28

Beschreibung

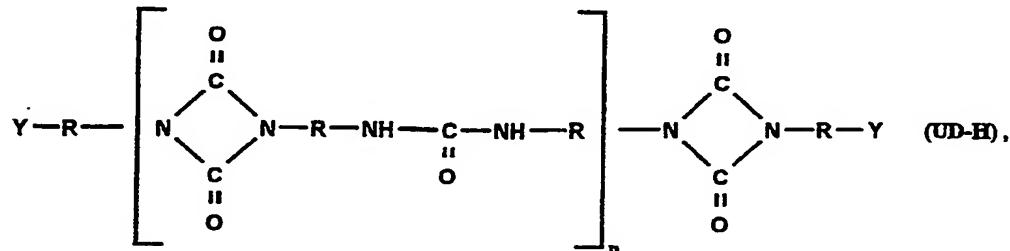
Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdi ne mit freien, partiell oder ganz blockierten Isocyanatgruppen, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie die Verwendung in Polyurethan-Pulverlacken mit matter Oberfläche.

Seit geraumer Zeit gibt es ein zunehmendes Interesse an Pulverlacken, die eine matte Oberfläche ergeben. Die Ursache dafür ist überwiegend praktischer Art. Glänzende Flächen erfordern ein weitaus höheres Maß an Reinigung als matte Flächen. Darüber hinaus kann es aus sicherheitstechnischen Gründen wünschenswert sein, stark reflektierende Flächen zu vermeiden.

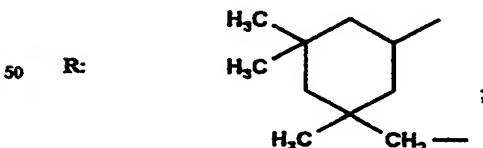
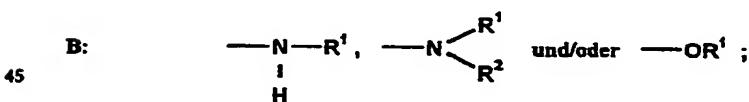
Das einfachste Prinzip, eine matte Oberfläche zu erhalten, besteht darin, dem Pulverlack je nach Ausmaß des gewünschten Matteffektes kleinere oder größere Mengen Füllstoffe, wie z. B. Kreide, feinverteiltes SiO₂ oder Bariumsulfat, beizumischen. Diese Zusätze bewirken jedoch eine Verschlechterung der lacktechnischen Filmegenschaften, wie Haftung, Flexibilität, Schlagfestigkeit und Chemikalienbeständigkeit. Die Zugabe von Stoffen, die mit dem Lack unverträglich sind, wie z. B. Wachs oder Cellulosederivate, bewirkt zwar ebenfalls eine Mattierung, aber geringfügige Änderungen während des Extrudierens führen zu Schwankungen im Oberflächenglanz. Die Reproduzierbarkeit des Matteffektes ist nicht gewährleistet.

Überraschenderweise konnten PUR-Pulverlacke mit mattem Aussehen gefunden werden, die nicht mit den aufgeführten Nachteilen behaftet sind, wenn als Härterkomponente harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione eingesetzt werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione folgender Zusammensetzung:



35 wobei



55

n: 1—15;

R¹ und R²: linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkylrest

60 bedeuten. Gegebenenfalls können noch bis zu maximal 1 Mol freies IPDI-Uretdion enthalten sein.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeichnen sich durch einen Gehalt an freien NCO-Gruppen von 0,1—12%, vorzugsweise 1—6%, einen Gesamt-NCO-Gehalt (freie und latente NCO-Gruppen) von 30—19%, vorzugsweise 19—25%, einen Uretdiongruppengehalt von 1,5—2,5 mmol/g, vorzugsweise 2,1—2,4 mmol/g, einen Gehalt von (irreversibel) blockierten NCO-Gruppen von 0,1—1,5 mmol/g aus. Ihr Schmelzbereich variiert in einem Bereich von 80—230°C, vorzugsweise 150—200°C. Sie eignen sich in hervorragender Weise zur Herstellung von PUR-Pulverbeschichtungen.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen entsprechend der folgenden Reaktionsgleichung:

Tabelle 1: Erfindungsgemäße Verbindungen

Beispiel-Nr.	Zusammensetzung [mol]			chem. und phys. Kenndaten		
	IPDI-Uretdion	Wasser	$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{-OH/HN-(C}_4\text{H}_9)_2$	NCO_{rel} [%]	$\text{NCO}_{\text{geant}}$ [%]	Schmelzbereich [°C]
A 1	2	0,8		11,7	29,7	86 - 95
A 2	2	1,0		7,3	23,9	126 - 128
A 3	2	1,2		5,9	23,1	148 - 150
A 4	2	1,25		5,2	22,1	160 - 171
A 5	2	1,5		4,5	21,6	187 - 199
A 6	2	1,65		2,5	19,1	191 - 204
A 7	2	1,75		1,7	16,6	197 - 211
A 8	2	1,25	2	0,3	19,8	143 - 149
A 9	2	1,5	1,8	0,1	19,6	201 - 215

5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 65 60 55

DE 196 30 844 A1

B) Polyolkomponente

Allgemeine Herstellungsvorschrift

5 Die Ausgangskomponenten — Terephthalsäure (TS), Dimethylterephthalat (DMT), Hexandi 1-1,6 (HD), Neopentylglykol (NPG), 1,4-Dimethylolcyclohexan (DMC) und Trimethylolpropan (TMP) — werden in einen Reaktor gegeben und mit Hilfe eines Ölbades erwärmt. Nachdem die Stoffe zum größten Teil aufgeschmolzen sind, werden bei einer Temperatur von 160°C 0,5 Gew.-% Di-n-butylzinnoxid als Katalysator zugesetzt. Die erste Methanolabspaltung tritt bei einer Temperatur von ca. 170°C auf. Innerhalb 6 bis 8 Stunden wird die Temperatur auf 220 bis 230°C erhöht und innerhalb weiterer 12 bis 15 Stunden die Reaktion zu Ende geführt. Der Polyester wird auf 200°C abgekühlt und durch Anlegen von Vakuum (1,33 mbar) innerhalb 30 bis 45 Minuten weitgehend von flüchtigen Anteilen befreit. Während der gesamten Reaktionszeit wird das Sumpfprodukt gerührt und ein schwacher N₂-Strom durch das Reaktionsgemisch geleitet.

10

15 Tabelle 2 gibt Polyesterzusammensetzungen und Polyester des Marktes mit den entsprechenden physikalischen und chemischen Kenndaten wieder.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 2: Polyester

Bei- spiel	Ausgangskomponenten						Chemische und physikalische Kenndaten				
	TG [mol]	DMT [mol]	HD [mol]	NPG [mol]	DMC [mol]	TMP [mol]	OH-Zahl [mg KOH/g]	Säurezahl [mg KOH/g]	Smp. [°C]	DTA [°C]	Viskosität bei 160 °C [mPas]
1	10	10	6,25	10,5	2	2,9	55 - 60	3 - 4	ca. 75	ca. 50	≈ 25 000
2							≈ 50	< 10	100 ± 8	55 ± 8	-
3							36 - 41	4 - 6	85 - 100	> 50	≈ 30 000
4							55 - 60	2 - 4	82 - 90	> 50	24 - 29 000

5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60

DE 196 30 844 A1

C Polyurethan-Pulverlacke

Allgemeine Herstellungsvorschrift

5 Die zerkleinerten Produkte — uretdiongruppenhaltige Polyisocyanate (Vernetzer), Polyester, Verlaufsmittel-, ggf. Katalysator-Masterbatch — werden ggf. mit dem Weißpigment in einem Kollergang innig vermischt und anschließend im Extruder bis maximal 130°C homogenisiert. Nach dem Erkalten wird das Extrudat gebrochen und mit einer Stiftsmühle auf eine Korngröße < 100 µm gemahlen. Das so hergestellte Pulver wird mit einer elektrostatischen Pulverspritzanlage bei 60 KV auf entfettete, ggf. vorbehandelte Eisenbleche appliziert und in einem Umlufttrockenschrank bei Temperaturen zwischen 180 und 200°C eingebrannt.

Verlaufsmittel-Masterbatch

15 Es werden 10 Gew.-% des Verlaufsmittels — ein handelsübliches Copolymer von Butylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat — in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

Katalysator-Masterbatch

20 Es werden 5 Gew.-% des Katalysators — DBTL — in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.
Die Abkürzungen in den folgenden Tabellen bedeuten:

SD = Schichtdicke in µm
25 ET = Tiefung nach Erichsen in mm (DIN 53 156)
GS = Gitterschnittprüfung (DIN 53 151)
GG 60° <) = Messung des Glanzes nach Gardner (ASTM — D 5233)
Imp. rev. = Impact reverse in g · m

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 3: Pigmentierte Pulverlacke

Rezeptur	Beispiel C	1 ^{a)}	2 ^{a)}	3 ^{a)}	4 ^{a)}	5 ^{a)}	6 ^{b)}	7 ^{a)}	8 ^{c)}	9 ^{a)}	10 ^{a)}	11 ^{a)}	12 ^{d)}
Vernetzer gem. A	16,0	16,0	14,2	14,7	15,8	15,8	17,1	14,2	12,2	12,2	17,5	17,5	17,5
Tabelle 1 Beispiel	(2)	(2)	(2)	(3)	(3)	(3)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(5)
Polyester gem. B 1	84,0	84,0	-	-	-	-	82,9	85,8	-	-	-	82,5	82,5
Polyester gem. B 2	-	-	85,8	85,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polyester gem. B 3	-	-	-	-	-	-	-	-	87,8	87,8	-	-	-
Polyester gem. B 4	-	-	-	84,2	84,2	-	-	-	-	-	-	-	-
Bemerkungen	Alle Formulierungen enthalten je 0,5 Gew.-% ACRONAL 4F und Benzolin, 0,15 Gew.-% DBTL sowie a) 40 oder b) 35 oder c) 30 Gew.-% TiO ₂ (Weißpigment); das OH/NCO-Verhältnis beträgt 1:1 oder o) 1:0,8												
Lackdaten													
SD	63-71	57-68	70-95	70-85	61-70	67-90	70-85	69-91	65-77	59-71	63-71	75-90	
GG 60 °→	11/12	11/19	13	17	21	24/25	9/10	13/15	13/15	21/23	9-10	11	
QS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
ET	7,8/8,4	8,5/9,1	9,1/9,3	8,8/9,0	7,9/8,1	8,3/8,9	4,9/5,7	5,1/6,2	6,8/7,5	7,9/8,4	4,7/5,5	7,3/7,7	
Imp. rev.	460,8	576	576	806,4	345,6	576	115,2	230,4	230,4	230,4	230,4	460,8	
Bemerkungen	Härtingbedingungen: 200 °C/10'-20', 180 °C/20' - 30'												

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

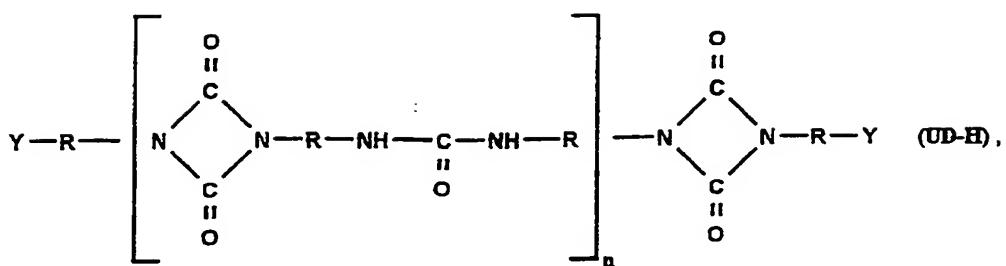
6
5
4
3
2
1
0

Tabelle 3 Fortsetzung: Pigmentierte Pulverlacke

Rezeptur	Beispiel C	13 ^{a)}	14 ^{b)}	15 ^{b)}	16 ^{b)}	17 ^{b)}	18 ^{b)}	19 ^{b)}	20 ^{b)}	21 ^{b)}	22 ^{b)}	23 ^{b)}	24 ^{b)}
Vernetzer gem. A	15,5	15,5	12,8	12,4	12,4	16,7	16,7	13,9	19,3	17,2	21,1	16,8	
Tabelle 1 Beispiel	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(6)	(6)	(7)	(7)	(8)
Polyester gem. B 1	-	-	-	-	-	-	-	-	80,7	-	-	-	-
Polyester gem. B 2	84,5	84,5	87,2	-	-	-	-	-	-	82,8	78,9	83,2	
Polyester gem. B 3	-	-	87,6	87,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polyester gem. B 4	-	-	-	-	-	83,3	83,3	86,1	-	-	-	-	-
Bemerkungen	Alle Formulierungen enthalten je 0,5 Gew.-% ACRONAL 4F und Benzoin, 0,15 Gew.-% DBTDL sowie a) 40 oder b) 35 oder c) 30 Gew.-% TiO ₂ (Weißpigment); das OH/NCO-Verhältnis beträgt 1:1 oder d) 1:0,8												
Lackdaten													
SD	60/70	63/75	67/80	57/71	62/70	60/70	55/67	72/87	65/75	70/80	67/85	71/92	
GG 60 °x	15	15/18	17/20	35/38	37/41	10/14	7/10	12/14	8/10	8/10	51/54	34/37	
GS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
ET	4,9/5,7	9,2/9,4	9,5/9,7	4,1/4,9	5,7/6,4	4,3/5,7	5,8/6,4	5,7/6,8	4,5/5,1	4,5/5,1	6,5/7,2	5,2/5,7	
Imp. rev.	115,2	460,8	576	115,2	230,4	230,4	345,6	115,2	115,2	230,4	115,2	115,2	
Bemerkungen	Härtungsbedingungen: 200 °C/10 - 20', 180 °C/20' - 30'												

Patentansprüche

1. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione folgender Zusammensetzung:

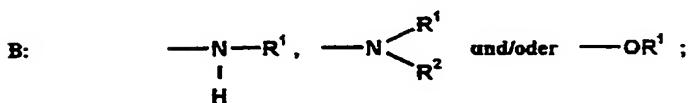


wobei

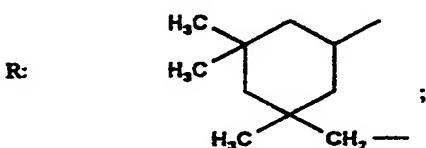
15



20



25



30

35

n: 1—15;**R¹ und R²: linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkyrest bedeuten.****2. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione, dadurch gekennzeichnet, daß sie noch bis zu einem Mol freies IPDI-Uretdion enthalten.**

40

3. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione, dadurch gekennzeichnet, daß B Reste ausgewählt aus der Gruppe Methanol, Ethanol, Butanol, 2-Ethylhexanol, Butylamin, 2-Ethylhexylamin, Dibutylamin, 1,2-Ethylhexylamin, Methylcyclohexylamin, bedeutet.

45

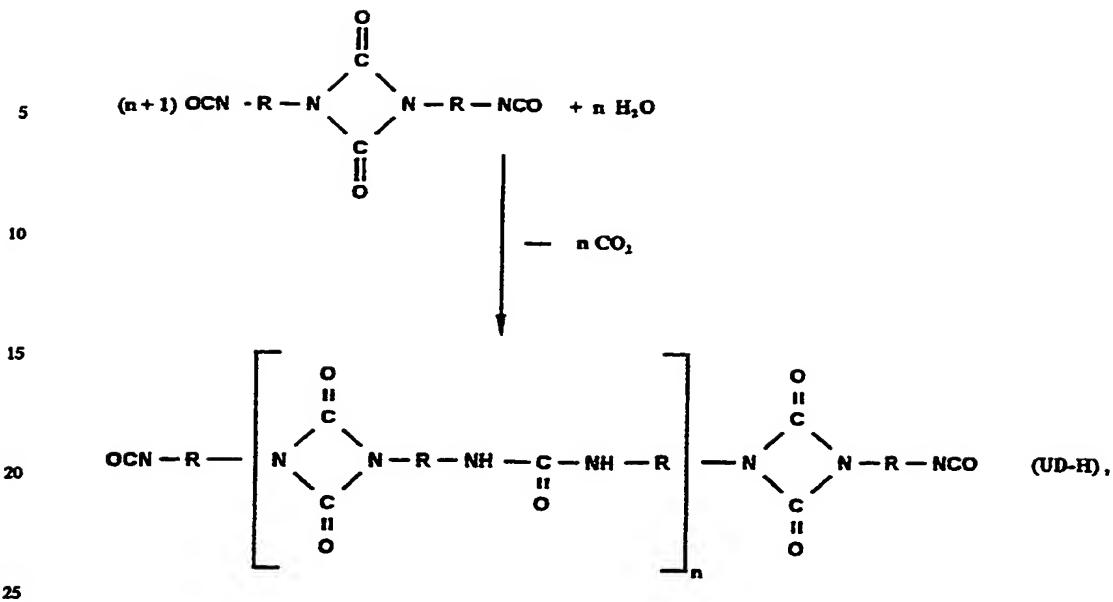
4. Verfahren zur Herstellung von harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Uretdionen gemäß den Anspülchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Isophorondiisocyanat-Uretdion in einem inerten Lösemittel, bevorzugt Aceton, mit Wasser bevorzugt in Gegenwart von 0,01—0,1% Dibutylzinnlaurat umgesetzt wird.

50

55

60

65



wobei die freien NCO-Gruppen des UD-H anschließend gegebenenfalls ganz oder partiell mit dem Blockierungsmittel B-H umgesetzt werden können.

5. Verwendung von harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Uretdionen gemäß den Ansprüchen 1 bis 3 in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren zur Herstellung von abspaltfreien matten PUR-Pulverbeschichtungen.

6. Abspaltfreie matte PUR-Pulverlacke, dadurch gekennzeichnet, daß harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione gemäß Anspruch 1 in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren weitere Zuschlags- und Hilfsstoffe enthalten.

7. PUR-Pulverlacke gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß ein OH/NCO-Verhältnis von 1 : 0,6 bis 1 : 1,2, vorzugsweise 1 : 0,8 bis 1 : 1,1 zugrunde liegt.

8. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß den PUR-Pulverlacken Katalysatoren zugesetzt werden in einer Konzentration von 0,03 bis 0,5% unter Einbeziehung der bereits enthaltenen Katalysatormenge aus den erfundungsgemäßen Polyisocyanaten.

9. PUR-Pulverlacke nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß den PUR-Pulverlacken organische Zinnverbindungen als Katalysatoren zugesetzt werden.

10. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß als hydroxylgruppenhaltige Polymere Polyester mit einer Funktionalität > 2, einer OH-Zahl von 20 bis 140 mg KOH/g und einem

11. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß als hydroxylgruppenhaltige

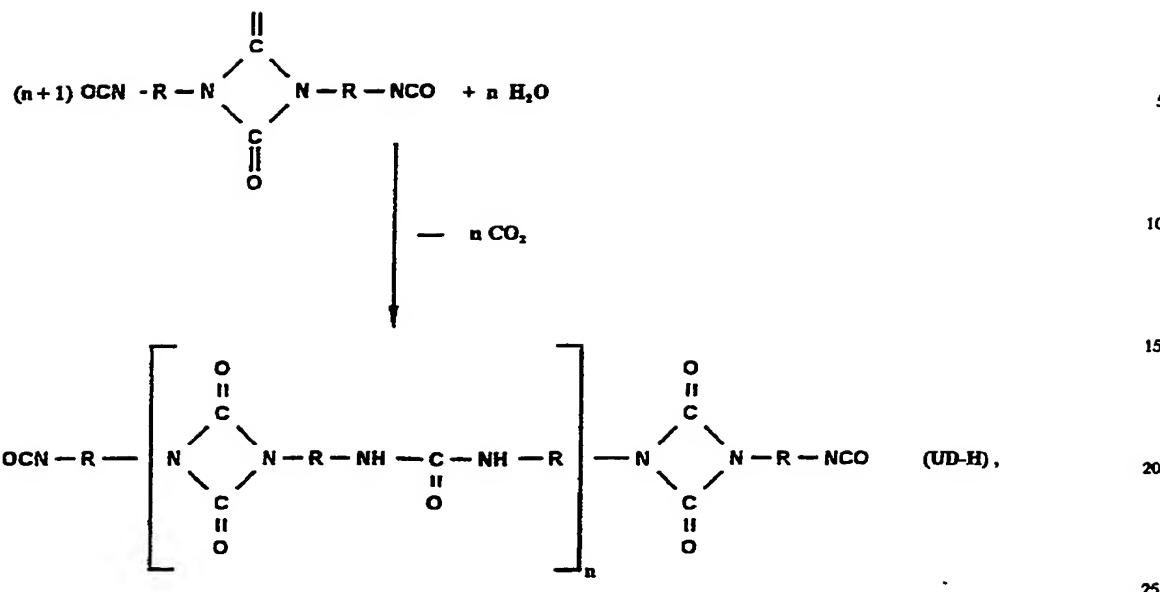
ge Polymere Polyester mit einer Funktionalität > 2, einer OH-Zahl von 30 bis 90 mg KOH/g sowie einem Schmelzpunkt von ≥ 75 und $\leq 110^\circ\text{C}$ eingesetzt werden.

1

55

60

65



wobei die freien NCO-Gruppen des UD-H anschließend gegebenenfalls ganz oder partiell mit dem Blockierungsmittel B-H umgesetzt werden können.

Bei dem erfindungsgemäß einzusetzenden Uretdion handelt es sich um das IPDI-Uretdion, wie es in den DE-OS 30 30 513 und 37 39 549 beschrieben wird, mit einem freien NCO-Gehalt von 16,8–18,5%. Der Mono-mergehalt liegt bei ≤ 1%. Der Gesamt-NCO-Gehalt des IPDI-Uretdions nach dem Erhitzen auf 180–200°C (0,5–1 h) beträgt 37,4–37,8%.

Im erfindungsgemäßen Verfahren kann durch die Wahl des Molverhältnisses von IPDI-Uretdion und Wasser jedes beliebige Molgewicht der erfindungsgemäßen Verbindungen erhalten werden. Manchmal hat es sich als zweckmäßig erwiesen, die freien NCO-Gruppen der UD-H so zu blockieren, daß sie beim Einbrennvorgang nicht mehr freigesetzt werden. Bei den Blockierungsmitteln handelt es sich um Monoalkohole, wie z. B. Methanol, Ethanol, Butanol, 2-Ethylhexanol, oder primäre wie sekundäre Monoamine, wie z. B. Butylamin, 2-Ethylhexylamin, Dibutylamin, Di-2-ethylhexylamin und Methylcyclohexylamin.

Die erfindungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Uretdione werden nach dem nunmehr erläuterten Verfahren hergestellt. Die Herstellung erfolgt in zwei aufeinander folgenden Stufen, wobei

1. in der 1. Stufe IPDI-Uretdion mit Wasser umgesetzt wird und
2. in der 2. Stufe dann gegebenenfalls die Umsetzung der noch freien NCO-Gruppen mit dem Blockierungsmittel B-H erfolgt.

Die Umsetzung der 1. und 2. Stufe erfolgt in Lösung, wobei das Lösemittel aus der Gruppe Ester, wie z. B. Methyl-, Ethyl-, Butylacetat, oder Ketone, wie z. B. Aceton, Methylisobutylketon, sowie beliebige Gemische dieser Lösemittel ausgewählt werden. Bevorzugtes Lösemittel ist Aceton. Die Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen erfolgt so, daß zu der acetonischen Lösung des IPDI-Uretdions in Gegenwart von 0,01 bis 1%, vorzugsweise 0,01 bis 0,15% Dibutylzinnlaurat (DBTL) das Wasser portionsweise bei 60°C zudosiert wird, und nach beendeter Wasserzugabe die Reaktionsmischung so lange weitererhitzt wird, bis pro Mol eingesetztes Wasser 2 NCO-Äquivalente umgesetzt sind. Danach wird entweder das Aceton vom Reaktionsprodukt abdestilliert, wenn das Reaktionsprodukt noch freie NCO-Gruppen enthalten soll oder soll jedoch das Reaktionsprodukt keine freien NCO-Gruppen mehr enthalten, schließt sich die Umsetzung mit dem Blockierungsmittel B-H an. Für den Fall der Monoamine ist dies bei Raumtemperatur möglich, wobei nach der portionsweisen Zugabe des Monoamins die Reaktion beendet ist.

Für den Fall, daß es sich bei den Blockierungsmitteln um Monoalkohole handelt, wird die Blockierung bei 60°C durchgeführt, wobei nach Zugabe des Blockierungsmittels so lange weitererhitzt wird (ca. 3 h), bis pro Mol Blockierungsmittel 1 NCO-Äquivalent umgesetzt ist.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Verbindungen zur Herstellung von PUR-Pulverlacken mit mattem Aussehen. Die erfindungsgemäßen PUR-Pulverlacksysteme bestehen aus den erfindungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen IPDI-Uretdionen in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren.

Als Polyolkomponente zur Herstellung der erfindungsgemäßen matten PUR-Pulverlacke kommen grundsätzlich alle OH-Gruppen enthaltenden Polymere in Frage, wie z. B. Epoxidharze, Hydroxyacrylate; bevorzugt werden jedoch hydroxylgruppenhaltig Polyester mit einer OH-Funktionalität von 3–6, ein mittleren Molgewicht von 1800–5000, bevorzugt 2300–4500, einer OH-Zahl v n 20–140 mg KOH/g, bevorzugt 30–90 mg KOH/g, und inem Schmelzpunkt von ≥ 70 bis ≤ 130°C, bevorzugt ≥ 75 bis ≤ 110°C, eingesetzt. Derartige

DE 196 30 844 A1

OH-haltige Polyester, wie sie in bekannter Weise durch Kondensation von Polyolen und Polycarbonsäuren hergestellt werden, sind z. B. in DE-OS 24 55 497 und 30 03 900 beschrieben. Zur Herstellung der gebrauchsfertigen Pulverlack werden das OH-haltige Harz und die erfundungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen IPDI-Uretdione, gegebenenfalls mit Pigmenten, wie z. B. TiO₂, Verlaufsmitteln, wie z. B. Polybutylacrylat, auf Extrudern oder Knetern bei Temperaturn zwischen 90-120°C s. gemischt, daß auf eine OH-Gruppe des hydroxylgruppenhaltigen Harzes 0,6-1,2, vorzugsweise 0,8-1,1, blockierte NCO-Gruppen zu stehen kommen. Die so hergestellten Pulverlacke können nach den üblichen Pulverauftragsverfahren, wie z. B. elektrostatisches Pulversprühen oder Wirbelsintern, auf die zu überziehenden Formteile aufgebracht werden. Die Härtung der Überzüge erfolgt durch Erhitzen auf Temperaturen von 180-200°C (30-10 min). Man erhält flexible Überzüge mit hervorragenden Korrosionsschutz-eigenschaften und einer ausgezeichneten Thermostabilität. Im Vergleich zu den bis jetzt bekannten PUR-Pulvern auf Basis blockierter Polyisocyanate zeichnen sich die erfundungsgemäßen PUR-Pulver durch ein mattes Aussehen aus, wobei der Mattglanz in einem weiten Bereich variiert. Nachfolgend wird der Gegenstand der Erfindung anhand von Beispielen erläutert.

15

Experimenteller Teil

A) Herstellung der erfundungsgemäßen Verbindungen

Allgemeine Herstellungsvorschrift

20

Zu der acetonischen Lösung des IPDI-Uretdions wurde in Gegenwart von 0,01% DBTL das Wasser bei 60°C portionsweise zudosiert. Nach beendeter H₂O-Zugabe wurde noch so lange weitererhitzt, bis pro Mol eingesetztes Wasser 2 NCO-Äquivalente umgesetzt waren. Danach wurde das Aceton abdestilliert. Für den Fall, daß das Reaktionsprodukt keine freien NCO-Gruppen enthalten soll, wird vor der Acetonentfernung die Blockierung durchgeführt. Für den Fall der Monoamine ist dies bei Raumtemperatur möglich, wobei nach der portionsweisen Zugabe des Monoamins die Reaktion beendet ist. Für den Fall, daß es sich bei den Blockierungsmitteln um Monoalkohole handelt, wird die Blockierung bei 60°C durchgeführt, wobei nach Zugabe des Monoalkohols so lange weitererhitzt wird (ca. 3 h), bis pro Mol Monoalkohol 1 NCO-Äquivalent umgesetzt ist.

30

35

40

45

50

55

60

65